

---

# Norme internationale



# 5992

---

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION • МЕЖДУНАРОДНАЯ ОРГАНИЗАЦИЯ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ • ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION

---

## Hydroxyde de sodium à usage industriel — Dosage du mercure — Méthode photométrique à la dithizone

*Sodium hydroxide for industrial use — Determination of mercury content — Dithizone photometric method*

Première édition — 1979-09-01

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

[ISO 5992:1979](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0fb860e2-24e8-4738-afc4-54281c094c01/iso-5992-1979)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0fb860e2-24e8-4738-afc4-54281c094c01/iso-5992-1979>

---

CDU 661.322.1 : 543.42 : 546.49

Réf. n° : ISO 5992-1979 (F)

Descripteurs : hydroxyde de sodium, analyse chimique, dosage, mercure, méthode spectrophotométrique, dithizone.

## Avant-propos

L'ISO (Organisation internationale de normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (comités membres de l'ISO). L'élaboration des Normes internationales est confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique correspondant. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO, participent également aux travaux.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour approbation, avant leur acceptation comme Normes internationales par le Conseil de l'ISO.

La Norme internationale ISO 5992 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 47, *Chimie*, et a été soumise aux comités membres en septembre 1977.

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée :

Afrique du Sud, Rép. d'	France	Roumanie
Allemagne, R. F.	Hongrie	Royaume-Uni
Autriche	Inde	Suisse
Belgique	Israël	Tchécoslovaquie
Bulgarie	Kenya	Turquie
Chili	Pays-Bas	URSS
Corée, Rép. de	Philippines	Yougoslavie
Égypte, Rép. arabe d'	Pologne	

Les comités membres des pays suivants l'ont désapprouvée pour des raisons techniques :

Australie  
Italie

# Hydroxyde de sodium à usage industriel — Dosage du mercure — Méthode photométrique à la dithizone

## 1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode photométrique à la dithizone, pour le dosage du mercure dans l'hydroxyde de sodium à usage industriel.

La méthode est applicable aux produits, solides ou liquides, dont la teneur en mercure (Hg) est supérieure à 0,05 mg/kg.

NOTE — L'autre méthode de dosage du mercure par spectrométrie d'absorption atomique sans flamme, spécifiée dans l'ISO 5993, est destinée aux laboratoires qui disposent de l'équipement nécessaire.

## 2 Références

ISO 3195, *Hydroxyde de sodium à usage industriel*  
Prélèvement — Échantillon pour essai — Préparation de la solution principale pour l'exécution de certains dosages.

ISO 5790, *Produits chimiques inorganiques à usage industriel — Méthode générale de dosage des chlorures — Méthode mercurimétrique.*

ISO 5993, *Hydroxyde de sodium à usage industriel — Dosage du mercure — Méthode par spectrométrie d'absorption atomique sans flamme.*

### Principe

Oxydation du mercure contenu dans une prise d'essai en ions mercure(II) par le permanganate de potassium, en présence d'acide sulfurique.

Réduction de l'excès d'oxydant par le chlorure d'hydroxylammonium, élimination des interférences du cuivre, du fer et de l'argent par un excès d'hydroxylammonium et de Na<sub>2</sub>EDTA. Extraction par le chloroforme du complexe formé avec la dithizone dans l'intervalle de pH compris entre 0 et 2.

Mesurage photométrique du complexe, en présence de l'excès de dithizone, à une longueur d'onde aux environs de 490 nm.

## 4 Réactifs

Au cours de l'analyse, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue dont la teneur en mercure est aussi faible que possible, et de l'eau distillée ou de l'eau de pureté équivalente.

### 4.1 Chloroforme.

4.2 Acide sulfurique, solution à 490 g/l environ.

4.3 Acide acétique, solution à 360 g/l environ.

Préparer cette solution par dilution d'acide acétique cristallisable,  $\rho \approx 1,05$  g/ml.

4.4 (Éthylène dinitrilo)tétracétate disodique, dihydraté (Na<sub>2</sub>EDTA), solution à 7,45 g/l.

Dissoudre, dans de l'eau, 7,45 g de Na<sub>2</sub>EDTA, compléter le volume à 1 000 ml en fiole jaugée et homogénéiser.

4.5 Permanganate de potassium, solution à 40 g/l.

4.6 Chlorure d'hydroxylammonium (NH<sub>2</sub>OH.HCl), solution à 100 g/l.

4.7 (Diphényl-1,5)thiocarbazon (Dithizone), solution chloroformique à 150 mg/l.

Préparer cette solution en utilisant le chloroforme (4.1) et la conserver dans un flacon en verre sombre, sec et hermétiquement fermé, à une température inférieure à 25 °C. La renouveler après 2 semaines.

4.8 (Diphényl-1,5)thiocarbazon (Dithizone), solution chloroformique à 3 mg/l.

Prélever 5,0 ml de la solution de dithizone (4.7), les introduire dans une fiole jaugée de 250 ml, compléter au volume avec le chloroforme (4.1) et homogénéiser.

Préparer cette solution le jour de l'emploi et la conserver à l'abri de la lumière et de la chaleur.

4.9 Mercure, solution étalon correspondant à 1,000 g de Hg par litre.

Dissoudre 1,354 g de chlorure de mercure(II) (HgCl<sub>2</sub>) dans 25 ml d'une solution d'acide chlorhydrique,  $\rho \approx 1,19$  g/ml, solution à 38 % (m/m). Transvaser quantitativement la solution dans une fiole jaugée de 1 000 ml, compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

Conserver cette solution à l'obscurité, dans un endroit frais, et la renouveler après 2 mois.

1 ml de cette solution étalon contient 1 mg de Hg.

**4.10 Mercure**, solution étalon correspondant à 20 mg de Hg par litre.

Prélever 10,0 ml de la solution étalon de mercure (4.9), les introduire dans une fiole jaugée de 500 ml, ajouter 10 ml de solution d'acide chlorhydrique,  $\rho \approx 1,19$  g/ml, compléter au volume et homogénéiser.

Préparer cette solution le jour de l'emploi.

1 ml de cette solution étalon contient 20  $\mu$ g de Hg.

**4.11 Mercure**, solution étalon correspondant à 1 mg de Hg par litre.

Prélever 10,0 ml de la solution étalon de mercure (4.10), les introduire dans une fiole jaugée de 200 ml, ajouter 5 ml de solution d'acide chlorhydrique,  $\rho \approx 1,19$  g/ml, compléter au volume et homogénéiser.

Préparer cette solution le jour de l'emploi.

1 ml de cette solution étalon contient 1  $\mu$ g de Hg.

NOTE — Afin d'éviter la pollution des eaux de rejet, recueillir les solutions contenant des sels de mercure et les démercureiser suivant les instructions données dans l'annexe B de l'ISO 5790.

## 5 Appareillage

Toute la verrerie nouvellement utilisée, y compris les flacons à réactifs et d'échantillonnage, doit être lavée de la façon suivante, en rinçant à l'eau après chaque opération :

- à la brosse et au savon si les parois sont supposées grasses;
- avec une solution d'acide nitrique,  $\rho \approx 1,42$  g/ml;
- avec un mélange, préparé au moment du lavage, formé de 4 volumes d'une solution d'acide sulfurique à 100 g/l environ et de 1 volume de la solution de permanganate de potassium (4.5).

Conditionner la verrerie ainsi lavée en effectuant plusieurs dosages préliminaires de mercure, à partir de solutions étalons de mercure, jusqu'à l'obtention de résultats satisfaisants, avant de l'utiliser pour des dosages réels. Par la suite, réserver cette verrerie au dosage du mercure *exclusivement*.

**5.1 Spectrophotomètre**, ou

**5.2 Électrophotomètre**, muni de filtres assurant un maximum de transmission à une longueur d'onde aux environs de 490 nm.

## 6 Échantillonnage

Suivre le mode opératoire spécifié dans l'ISO 3195, en observant, en outre, les précautions spécifiées en 6.1. et 6.2.

## 6.1 Produits liquides

Étant donné que les produits liquides peuvent contenir de petites particules de mercure métallique, il convient de prélever 1 litre environ d'échantillon pour laboratoire à un endroit où la turbulence est suffisamment élevée afin d'assurer, dans toute la mesure du possible, un échantillon représentatif.

Prélever l'échantillon pour essai immédiatement dans cet échantillon pour laboratoire et l'oxyder *aussitôt* suivant les modalités spécifiées en 7.1.1 et 7.4.1.1, afin d'éviter les pertes de mercure par évaporation ou par adsorption.

## 6.2 Produits solides

L'échantillonnage des produits solides ne pose pas de difficulté particulière, étant donné qu'ils sont obtenus par l'évaporation de solutions d'hydroxyde de sodium qui entraîne le mercure volatil. La seule précaution nécessaire est l'oxydation immédiate de la solution d'essai préparée en vue de l'analyse, afin d'éviter les pertes de mercure.

Effectuer le prélèvement et le traitement de la prise d'essai suivant les modalités spécifiées en 7.1.2 et 7.4.1.2.

## 7 Mode opératoire

### 7.1 Prise d'essai

#### 7.1.1 Échantillons liquides

Peser, à 0,1 g près, un flacon en polyéthylène, de capacité 100 ml, contenant 10 ml de la solution de permanganate de potassium (4.5). Immédiatement après sa préparation (voir 6.1), transférer 50 ml environ de l'échantillon pour essai dans le flacon, et peser le flacon et son contenu à 0,1 g près. Suivre immédiatement les modalités spécifiées en 7.4.1.1 (voir 9.2).

#### 7.1.2 Échantillons solides

Dans un bécher de 400 ml, peser, à 0,1 g près, 20 g environ de l'échantillon pour essai. Suivre immédiatement les modalités spécifiées en 7.4.1.2.

### 7.2 Essai à blanc

Effectuer, parallèlement au dosage et en suivant le même mode opératoire, un essai à blanc en employant les mêmes quantités de tous les réactifs que celles utilisées pour l'échantillonnage et le dosage, mais en omettant la prise d'essai.

### 7.3 Établissement de la courbe d'étalonnage

**7.3.1 Préparation des solutions témoins**, se rapportant à des mesurages photométriques effectués en cuves de 4 ou 5 cm de parcours optique

Dans la tubulure d'écoulement d'une série de quatre ampoules à décanter de 500 ml, introduire un petit et léger tampon de papier filtre. Dans chaque ampoule, introduire 30 ml de la solution d'acide sulfurique (4.2) et, à l'aide d'une burette, les volu-

mes de la solution étalon de mercure (4.11) indiqués dans le tableau suivant.

Solution étalon de mercure (4.11)	Masse correspondante de mercure
ml	µg
0*	0
2,0	2
5,0	5
10,0	10

\* Solution de compensation.

Traiter chacune de ces solutions de la façon suivante.

Diluer à 300 ml environ, et ajouter 1 ml de la solution de chlorure d'hydroxylammonium (4.6), 10 ml de la solution d'acide acétique (4.3) et 10 ml de la solution de Na<sub>2</sub>EDTA (4.4). Ajouter, à l'aide d'une pipette de sécurité, 25,0 ml de la solution de dithizone (4.8), agiter vigoureusement durant 1 min et laisser décanter durant 10 min.

Remplir l'une des cuves du photomètre en y laissant couler l'extrait chloroformique, avec précaution pour ne pas entraîner de particules d'eau.

NOTE — Le tampon de papier filtre a pour but de retenir les gouttelettes d'eau entraînées par l'extrait chloroformique.

### 7.3.2 Mesurages photométriques

Effectuer les mesurages photométriques à l'aide du spectrophotomètre (5.1) à une longueur d'onde correspondant au maximum d'absorption (aux environs de 490 nm), ou à l'aide de l'électrophotomètre (5.2) muni de filtres appropriés, après avoir, dans chaque cas, ajusté l'appareil au zéro d'absorbance par rapport au chloroforme (4.1). Déduire l'absorbance de la solution de compensation (7.3.1 — terme 0) de celles des solutions étalons (7.3.1).

### 7.3.3 Tracé de la courbe

Tracer un graphique en portant, par exemple, sur l'axe des abscisses, les masses, exprimées en microgrammes, de mercure contenues dans les solutions témoins et, sur l'axe des ordonnées, les valeurs correspondantes des absorbances.

## 7.4 Dosage

### 7.4.1 Préparation de la solution d'essai

#### 7.4.1.1 Échantillons liquides

Transvaser la prise d'essai (7.1.1) dans un bécher de 600 ml, ajouter 150 ml environ d'eau et laisser refroidir. Rincer le flacon ayant contenu la prise d'essai au moyen de 25 ml de la solution d'acide sulfurique (4.2) additionnés de 2 gouttes de la solution de chlorure d'hydroxylammonium (4.6), afin de dissoudre le précipité éventuel d'hydroxyde de manganèse adhérent aux parois du flacon. Verser, lentement et avec précaution, cette solution de rinçage dans le bécher de 600 ml, en agitant continuellement.

Ajouter ensuite, lentement et avec précaution, en agitant continuellement, 150 ml de la solution d'acide sulfurique (4.2), couvrir le bécher d'un verre de montre et faire bouillir durant 10 min environ.

Laisser refroidir jusqu'à la température ambiante, puis ajouter, goutte à goutte, de la solution de chlorure d'hydroxylammonium (4.6) jusqu'à décoloration du permanganate plus un excès de 0,5 ml de cette solution. Transvaser quantitativement le contenu du bécher dans une fiole jaugée de 500 ml, compléter au volume, homogénéiser et suivre immédiatement les modalités spécifiées en 7.4.2.

#### 7.4.1.2 Échantillons solides

Traiter la prise d'essai (7.1.2), contenue dans le bécher, de la façon suivante.

Dissoudre dans 100 ml d'eau, laisser refroidir jusqu'à la température ambiante, puis ajouter 5 ml de la solution de permanganate de potassium (4.5) et, lentement et avec précaution, en agitant continuellement, 85 ml de la solution d'acide sulfurique (4.2). Couvrir le bécher d'un verre de montre et faire bouillir durant 10 min.

Laisser refroidir jusqu'à la température ambiante, puis ajouter, goutte à goutte, de la solution de chlorure d'hydroxylammonium (4.6) jusqu'à décoloration du permanganate plus un excès de 0,25 ml de cette solution afin de dissoudre le précipité éventuel d'hydroxyde de manganèse adhérent aux parois du bécher. Transvaser quantitativement le contenu du bécher dans une fiole jaugée de 250 ml, compléter au volume, homogénéiser et suivre immédiatement les modalités spécifiées en 7.4.2.

### 7.4.2 Extraction du dithizonate de mercure

Prélever, à l'aide d'une pipette de sécurité, un volume de la solution d'essai (7.4.1) ne dépassant pas 100 ml et contenant au maximum 10 µg de mercure.

Introduire cette partie aliquote dans une ampoule à décanter de 500 ml dont la tubulure d'écoulement a été préalablement garnie d'un petit et léger tampon de papier filtre. Diluer à 300 ml environ, et ajouter 1 ml de la solution de chlorure d'hydroxylammonium (4.6), 10 ml de la solution d'acide acétique (4.3) et 10 ml de la solution de Na<sub>2</sub>EDTA (4.4). Ajouter, à l'aide d'une pipette de sécurité, 25,0 ml de la solution de dithizone (4.8), agiter vigoureusement durant 1 min et laisser décanter durant 10 min.

Remplir l'une des cuves du photomètre en y laissant couler l'extrait chloroformique, avec précaution pour ne pas entraîner de particules d'eau.

NOTE — Voir la note à la fin de 7.3.1.

### 7.4.3 Mesurages photométriques

Effectuer les mesurages photométriques sur la solution d'essai (7.4.1) et sur celle de l'essai à blanc (7.2), en suivant les modalités spécifiées en 7.3.2, après avoir ajusté l'appareil au zéro d'absorbance par rapport au chloroforme (4.1).

## 8 Expression des résultats

Au moyen de la courbe d'étalonnage (7.3.3), déterminer la masse de mercure correspondant à la mesure photométrique.

La teneur en mercure, exprimée en milligrammes de mercure (Hg) par kilogramme, est donnée par les formules

— produits liquides

$$\frac{(m_1 - m_2)}{1\ 000} \times \frac{500}{V} \times \frac{1\ 000}{m_0}$$

$$= \frac{500 (m_1 - m_2)}{V \times m_0}$$

— produits solides

$$\frac{(m_1 - m_2)}{1\ 000} \times \frac{250}{V} \times \frac{1\ 000}{m_0}$$

$$= \frac{250 (m_1 - m_2)}{V \times m_0}$$

où

$m_0$  est la masse, en grammes, de la prise d'essai (7.1);

$m_1$  est la masse, en microgrammes, de mercure trouvée dans la partie aliquote de la solution d'essai (7.4.1) utilisée pour le dosage;

$m_2$  est la masse, en microgrammes, de mercure trouvée dans la partie aliquote correspondante de la solution de l'essai à blanc;

$V$  est le volume, en millilitres, de cette partie aliquote de la solution d'essai.

## 9 Remarques sur le mode opératoire

**9.1** S'il n'est pas possible d'effectuer immédiatement le prélèvement de l'échantillon pour essai, procéder de la façon suivante.

Noter la masse de l'échantillon pour laboratoire. Agiter vigoureusement l'échantillon pour laboratoire et prélever alors l'échantillon pour essai. Vider le flacon qui contient l'échantillon pour laboratoire et récupérer le mercure pouvant adhérer aux parois en agitant mécaniquement le flacon durant 1 h après addition d'un mélange formé de la solution de permanganate (4.5) et de la solution d'acide sulfurique (4.2). Doser le mercure dans ce mélange et corriger le résultat (chapitre 8) en conséquence.

**9.2** Si le dosage n'a pas pu être poursuivi immédiatement, du mercure peut avoir été adsorbé sur les parois du flacon. Dans un tel cas, appliquer une correction suivant les modalités spécifiées en 9.1.

## 10 Procès-verbal d'essai

Le procès-verbal d'essai doit contenir les indications suivantes :

- a) identification de l'échantillon;
- b) référence de la méthode utilisée;
- c) résultats, ainsi que la forme sous laquelle ils sont exprimés;
- d) compte rendu de tous détails particuliers éventuels relevés au cours de l'essai;
- e) compte rendu de toutes opérations non prévues dans la présente Norme internationale ou dans les Normes internationales auxquelles il est fait référence, ou de toutes opérations facultatives.

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

ISO 5992-1979  
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0fb860e2-24e8-4738-afc4-54281c094c01/iso-5992-1979

## Annexe

### Publications ISO relatives à l'hydroxyde de sodium à usage industriel

- ISO 979 — Détermination du titre.
- ISO 980 — Dosage des carbonates — Méthode gazométrique.
- ISO 981 — Dosage des chlorures — Méthode mercurimétrique.
- ISO 982 — Dosage des sulfates — Méthode gravimétrique à l'état de sulfate de baryum.
- ISO 983 — Dosage du fer — Méthode photométrique à la 1,10-phénanthroline.
- ISO 984 — Dosage de la silice — Méthode photométrique au complexe silicomolybdique réduit.
- ISO 985 — Dosage de la silice — Méthode gravimétrique par précipitation du molybdosilicate de quinoléine.
- ISO 986 — Dosage du calcium — Méthode complexométrique à l'EDTA (sel disodique).
- ISO 3195 — Prélèvement — Échantillon pour essai — Préparation de la solution principale pour l'exécution de certains dosages.
- ISO 3196 — Dosage des carbonates — Méthode titrimétrique.
- ISO 3197 — Dosage des chlorures — Méthode photométrique.
- ISO 3198 — Dosage des composés soufrés — Méthode par réduction et titrimétrie.
- ISO 3697 — Dosage du calcium et du magnésium — Méthode par absorption atomique dans la flamme.
- ISO 5992 — Dosage du mercure — Méthode photométrique à la dithizone.
- ISO 5993 — Dosage du mercure — Méthode par spectrométrie d'absorption atomique sans flamme.

Page blanche

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

ISO 5992:1979

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0fb860e2-24e8-4738-afc4-54281c094c01/iso-5992-1979>